

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-080106

(43)Date of publication of application : 04.04.1991

(51)Int.Cl.

C01F 7/30
C09K 3/14
H01L 21/304

(21)Application number : 02-101881

(71)Applicant : DEGUSSA AG

(22)Date of filing : 19.04.1990

(72)Inventor : SEXTL GERHARD
SWAROWSKY HERBERT DR
KOERFER MARTIN
KLEINSCHMIDT PETER
SCHWARZ RUDOLF DR

(30)Priority

Priority number : 89 3912842 Priority date : 19.04.1989 Priority country : DE
90 4009299 23.03.1990 DE

(54) ALPHA-ALUMINUM OXIDE AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain α -Al₂O₃ which has a specific BET surface area and grain size and is useful as a polishing agent by preheating a gaseous mixture composed of AlCl₃ vapor and inert carrier gas, mixing this gaseous mixture with a combustion gas just before a burner and pyrolyzing the gaseous mixture in a flame tube.

CONSTITUTION: The AlCl₃ is evaporated by heating and is mixed with the inert carrier gaseous stream of gaseous Ar, etc. This gaseous mixture is led to a mixing chamber just before the burner at $\geq 250^\circ$ C. The gaseous mixture is mixed with the combustion gas (preferably CO) in this chamber and is supplied to the burner. The gaseous mixture is burned in the flame tube (a steel tube internally coated with aluminum oxide/cement) and is pyrolyzed at 1200 to 1500° C, in some cases at 1700° C, by which the aluminum α -aluminum oxide having an α -Al₂O₃ content of 20 to 80 wt.%, the BET surface area (DIN66131) of 5 to 40m²/g and a grain size distribution of 20 to 50nm of independent primary particles is obtd.

⑫ 公開特許公報(A)

平3-80106

⑪ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)4月4日

C 01 F 7/30
C 09 K 3/14
H 01 L 21/304X
3 2 1 P9040-4G
7043-4H
8831-5F

審査請求 有 請求項の数 7 (全 11 頁)

⑭ 発明の名称 α -酸化アルミニウム及びその製法

⑮ 特 願 平2-101881

⑯ 出 願 平2(1990)4月19日

優先権主張 ⑰ 1989年4月19日 ⑱ 西ドイツ(DE) ⑲ P3912842.3

⑳ 発 明 者 ゲルハルト・ゼクスト ドイツ連邦共和国ガイゼルバツハ・アム・フローンブユー
 ル ゲル 11
 ㉑ 発 明 者 ヘルベルト・スヴァロ ドイツ連邦共和国ゲルンハウゼン・ツム・タウベンガルテ
 ヴスキ ン 14アー
 ㉒ 発 明 者 マルチン・ケルフアー ドイツ連邦共和国ハナウ・ハウスマンシュトラッセ 1
 ㉓ 出 願 人 デグツサ・アクチエン ドイツ連邦共和国フランクフルト・アム・マイン・ワイス
 ゲゼルシャフト フ라우エンストラッセ 9
 ㉔ 代 理 人 弁理士 矢野 敏雄 外2名
 最終頁に続く

明 細 書

1 発明の名称

 α -酸化アルミニウム及びその製法

2 特許請求の範囲

1. α -酸化アルミニウム含量20～80重量
 ％、BET比表面積(DIN 66131)5～40
 m^2/g 、ほぼ独立して存在する一次粒子及び
 一次粒度分布約20～50 nmを特徴とする
 α -酸化アルミニウム。
2. α -酸化アルミニウム含量20～80重量
 ％、BET比表面積(DIN 66131)5～40
 m^2/g 、ほぼ独立して存在する一次粒子及び
 一次粒度分布約20～50 nmの α -酸化ア
 ルミニウムを高熱法により製造する方法にお
 いて、三塩化アルミニウムを蒸発させ、不活
 性キャリアガス流と混合し、250℃を上廻
 る温度に加熱した管を通して導き、バーナ
 ーの直前で混合室中で燃焼ガスと混合し、この
 混合物をバーナーに供給し、かつ火炎管中で
 燃焼させ、その際に火炎管中で1200～

1500℃の温度に保持し又は場合により

1700℃まで高め、火炎管に続いて反応廃
 ガス及び生成物を公知構造の冷却区間を通し
 て案内しかつ生成物を公知方法で反応廃ガス
 から分離することを特徴とする α -酸化アル
 ミニウムの製法。

3. 燃焼ガスとして一酸化炭素を使用する、請
 求項2記載の方法。

4. バーナーとして3つの同軸管より成る系を
 使用し、その中央管を通して燃焼ガスと混合
 した蒸発三塩化アルミニウムを案内し、中間
 の管を通して酸素及び外側の管を通して更に
 燃焼ガスを案内する、請求項2又は3記載の
 方法。

5. 火炎管として、内部が酸化アルミニウム/
 セメントで鑄造されている銅管を使用する、
 請求項2から4までのいずれか1項記載の方
 法。

6. 火炎管中の温度を、それぞれが火炎管中に
 環状に設けたノズルもしくはリングノズルよ

り成り、このノズルを通して付加的な燃焼ガスが導入されるアフターバーナーを用いて範囲 1200~1500℃に保持するか又は場合により1700℃まで高める、請求項2から5までのいずれか1項記載の方法。

7. 火炎管中に環状に設けたノズル又はリングノズル1~4個を配置した、請求項6記載の方法。

3 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は、 α -酸化アルミニウム及びその製法に関する。

従来の技術

α -酸化アルミニウムは公知の市販製品である。それは数 μm の直径の粗粒子及び低い比表面積 $\leq 15 \text{ m}^2/\text{g}$ を有する。

公知の α -酸化アルミニウムは、多くの用途にとつて、例えば敏感な表面又は電子的包装物の研磨には非常に粗粒状であるという欠点を有する。

(3)

子の細かさにより、例えばコンタクトレンズ又はコンピュータの所謂メモリ-ディスク(Festspeicherplatte)のような敏感な表面の研磨剤として使用することができる。

本発明の他の目的は、 α -酸化アルミニウム含量20~80重量%、BET比表面積(DIN 66131)5~40 m^2/g 、ほぼ独立して存在する一次粒子及び一次粒度分布約20~50 nmの α -酸化アルミニウムを高熱法により製造する方法であり、この方法は三塩化アルミニウムを蒸発させ、不活性キャリアガス流と混合し、250℃を上廻る温度に加熱した管を通して導き、バーナーの直前で混合室中で燃焼ガスと混合し、この混合物をバーナーに供給し、かつ火炎管中で燃焼させ、その際に火炎管中で1200~1500℃、殊に1200~1300℃の温度に保持し、又は場合により1700℃まで高め、火炎管に続いて反応廃ガス及び生成物を公知構造の冷却区間を通して案内しかつ生成物を公知方法で反応廃ガスから分離すること

(5)

西ドイツ国特許第3827898号明細書には、微粒状 α -酸化アルミニウムを γ -酸化アルミニウムを熱的に後処理することにより製造し得ることが記載されている。

高熱法による α -酸化アルミニウムの直接的合成は公知ではない。

発明を達成するための手段

本発明の目的は、 α -酸化アルミニウム含量20~80重量%、BET比表面積(DIN 66131)5~40 m^2/g 、ほぼ独立して存在する一次粒子及び一次粒度分布約20~50 nmを特徴とする α -酸化アルミニウムである。

本発明による α -酸化アルミニウムは次の組成を有してよい：

結晶 α -酸化アルミニウム	20~80重量%
δ -酸化アルミニウム	10~50重量%
θ -酸化アルミニウム	10~30重量%

本発明の優れた実施形では α -酸化アルミニウムは第2図による一次粒度分布を有し得る。

本発明による α -酸化アルミニウムはその粒

(4)

を特徴とする。

このような冷却区間及び分離法はメタロイドもしくは金属酸化物の高熱製造で使われる

['Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie', 第4版、21巻、464頁参照]。

燃焼ガスとしては水素又は一酸化炭素を使用することができ、その際に一酸化炭素が優れている。

不活性キャリアガス流としては窒素又はアルゴンもしくは他の稀ガスを使用することができる。

バーナーとしては、3つの同軸管からの系を使用することができ、その中央管を通して燃焼ガスと混合した蒸発三塩化アルミニウムを案内し、中間の管を通して酸素及び外側の管を通して更に燃焼ガスを案内する。

火炎管としては、内部が酸化アルミニウム/セメントで鑄造されている鋼管を使用することができる。

火炎管中の温度は、火炎管中に環状に設けた

(6)

ノズルもしくはリングノズルより成り、このノズルを通して付加的な燃焼ガスが導入されるアフターバーナーにより範囲1200~1500℃に保持するか又は1700℃まで高めることができる。

火炎管中に環状に設けたノズル又はリングノズル1~4個を設けることができる。

本発明方法は、微細な粒度分布の α -酸化アルミニウムを $AlCl_3$ から直接合成し得るという利点を有する。

生成物の一次粒子はほぼ独立して存在し、かつ粒度分布約20~500nmを有する

本発明による方法もしくは本発明で使用する火炎管を添付図面により詳説する。

第1図によれば、固体三塩化アルミニウムを配量装置1を介して蒸発装置2に供給する。蒸発した三塩化アルミニウムを混合室3中で燃焼ガスと混合し、かつ同心配置の3つの管より成るバーナー4中に案内する。火炎は、酸素及び更に燃焼ガスが供給される火炎中で混合物が燃

(7)

する。

ガス/固体混合物を公知構造の冷却区間中で冷却しかつ固体を濾過又はサイクロンにより分離する。収量は1時間当り Al_2O_3 0.38kgである。BET表面積(DIN 66131) $21 m^2/g$ 及び次の相分布の酸化アルミニウムが得られる:

α -酸化アルミニウム約70%

δ -酸化アルミニウム約20%

θ -酸化アルミニウム約10%

γ -及び無定形の酸化アルミニウムを含まない。

一次粒子の大きさは殊に範囲50~200nmである。

第3図による電子顕微鏡写真(TEM)から、ほぼ独立して存在する、即ち凝集していない球状の一次粒子が認められる。この一次粒子は、シラス(Cilas)粒度計で測定して次の粒度分布を有する:

(9)

焼する際に火炎管5中に流動する。

火炎管5は鋼周壁6より成り、この周壁は酸化アルミニウム/セメント7で、同心管8が形成されるように鑄造されている。

火炎管5中には所定の間隔でリングノズル9、10、11及び12が設けられており、これらのノズルを介して付加的な燃焼ガスが火炎管5の同心管8中に供給される。

反応ガス及び生成物を冷却区間を通して案内する。

実施例

蒸発器中で $AlCl_3$ 1kg/hを蒸発させかつ酸素300g/hでバーナーに供給する。 $AlCl_3$ をバーナー中央管中で一酸化炭素2m³/hと前混合する。第1周壁中で酸素1.5m³/h、第2周壁中で再度一酸化炭素1m³/hを火炎中に供給する。反応火炎は第1図による火炎管中で燃焼する。酸素及び更に燃焼ガスをリングノズル9、10及び11により導入することにより、火炎管を温度レベル1200~1400℃に保持

(8)

粒子の総数 (N) 2059
 粒径、算術平均 (DN) 104.54 (NM)
 粒径、表面積を介して測定 (DA) 146.45 (NM)

分布

粒径 D (NM)	個数 N	個数 % N %	個数 % 合計 SN %	重量 % 合計 SND 3 %
29.780	15	0.729	0.729	0.010
40.820	43	2.083	2.817	0.086
51.860	123	5.974	8.791	0.529
62.900	199	9.665	18.456	1.808
73.940	276	13.405	31.860	4.689
84.980	216	10.491	42.351	8.113
96.020	251	12.190	54.541	13.852
107.060	212	10.296	64.837	20.571
118.100	181	8.791	73.628	28.271
129.140	138	6.702	80.330	35.947
140.180	118	5.731	86.061	44.341
151.220	76	3.691	89.752	51.129
162.260	54	2.623	92.375	57.087
173.300	51	2.477	94.852	63.942
184.340	29	1.408	96.260	68.634
195.380	18	0.874	97.135	72.101
206.420	15	0.729	97.863	75.509
217.460	5	0.243	98.106	76.837
228.500	6	0.291	98.397	78.685
239.540	7	0.340	98.737	81.170
250.580	5	0.243	98.980	83.202
261.620	2	0.097	99.077	84.127
272.660	7	0.340	99.417	87.792
283.700	2	0.097	99.514	88.971
294.740	1	0.049	99.563	89.632
305.780	2	0.097	99.660	91.109
316.820	2	0.097	99.757	92.752
327.860	2	0.097	99.854	94.572
338.900	1	0.049	99.903	95.577
405.140	1	0.049	99.951	97.295
471.380	1	0.049	100.000	100.000

(10)

4 図面の簡単な説明

第1図は本発明で使用する火炎管の略示図、及び第2図は本発明による α -酸化アルミニウムの一次粒子の等級頻度分布を示す図、第3図は本発明による α -酸化アルミニウムの電子顕微鏡による粒子構造を示す~~図~~^{写真}である。

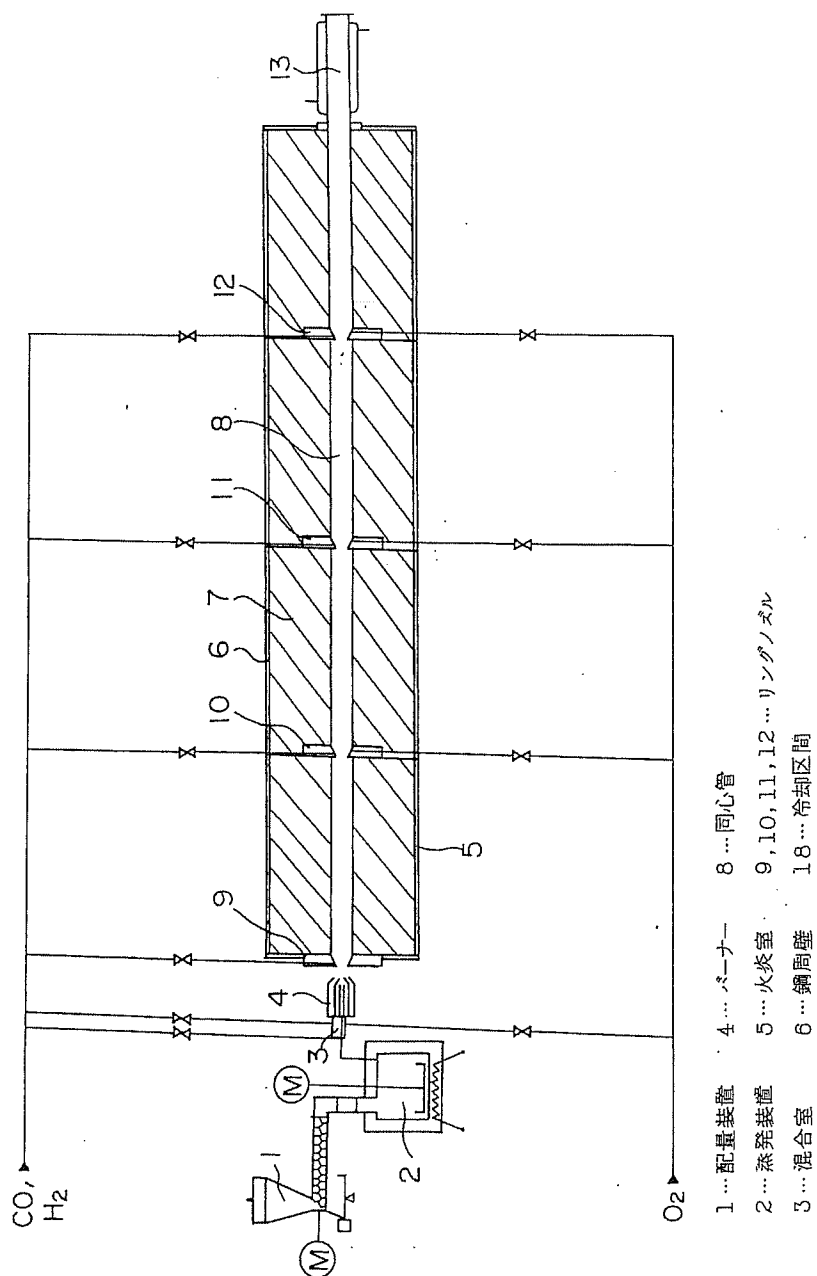
1…配量装置、2…蒸発装置、3…混合室、
4…バーナー、5…火炎室、6…鍋周壁、8…
同心管、9、10、11、12…リングノズル、
13…冷却区間

代理人 弁理士 矢野 敏 雄

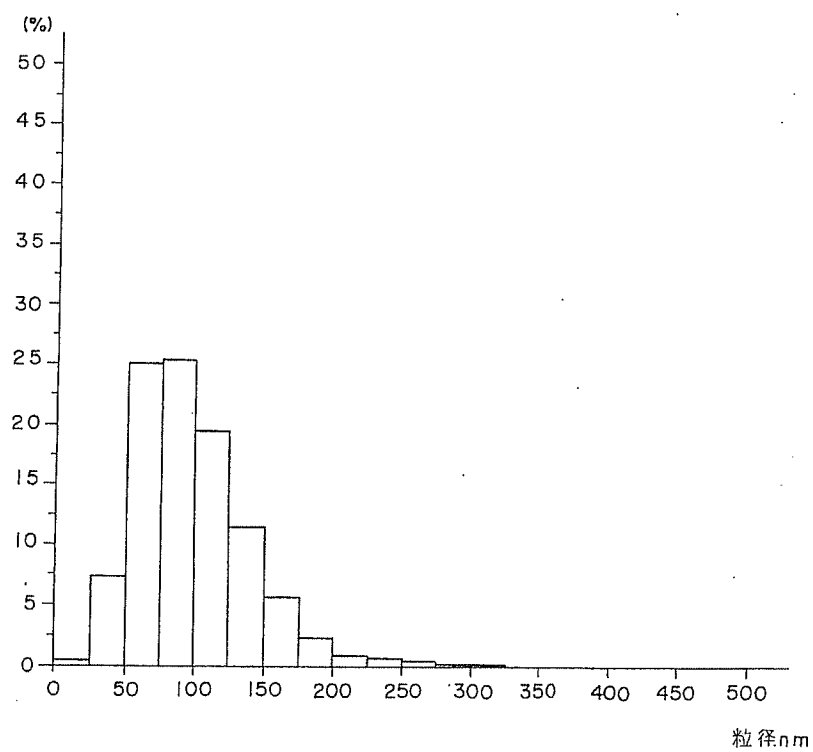


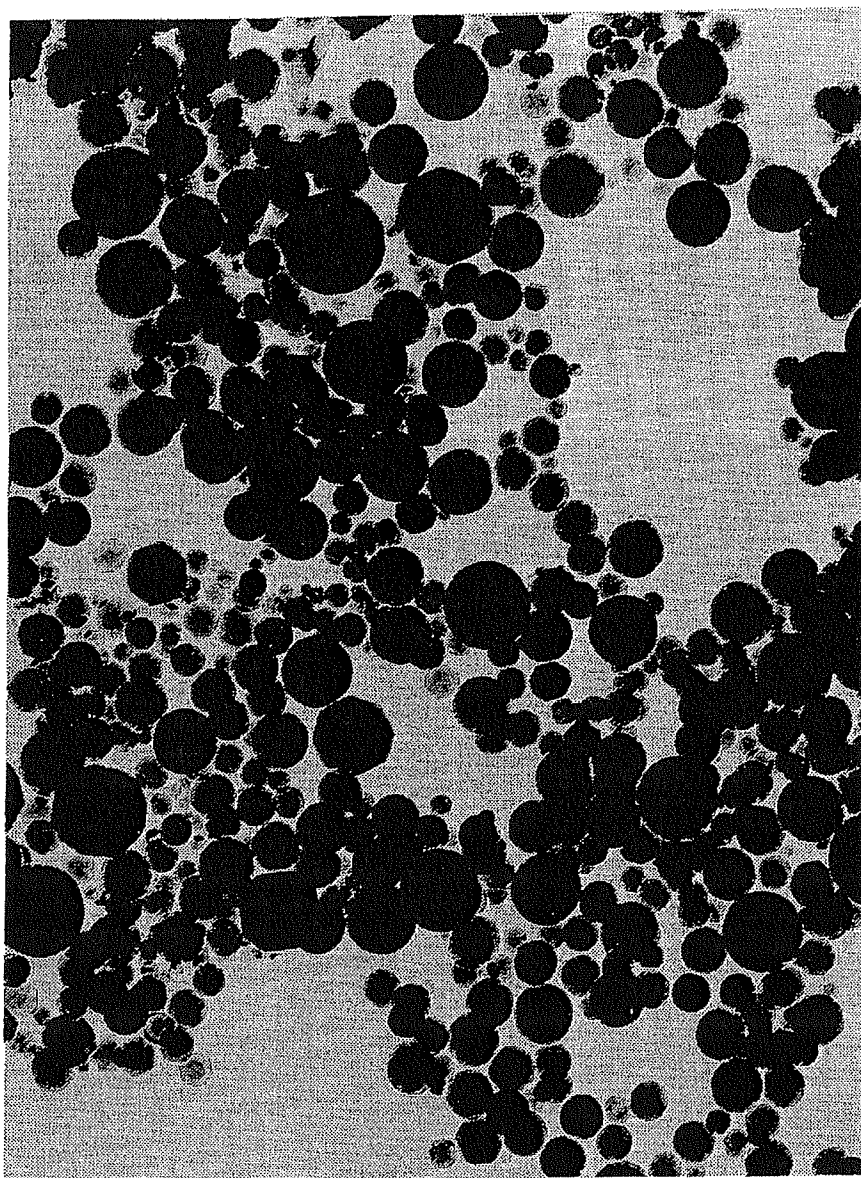
図面の浄管 (内容に変更なし)

第1図



第2図





第3図

第1頁の続き

優先権主張

②1990年3月23日③西ドイツ(DE)④P4009299.2

⑦発明者

ペーター・クラインシ
ユミット

ドイツ連邦共和国ハナウ9・ヴァイルダウシュトラッセ 19

⑦発明者

ルドルフ・シュヴァル
ツ

ドイツ連邦共和国ヴァツサーロス・タウヌスシュトラッセ

2

手続補正書(方式)

平成 2 年 8 月 9 日

特許庁長官 殿

1. 事件の表示

平成 2 年 特許願 第 101881 号

2. 発明の名称

α-酸化アルミニウム及びその製法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名称 デグツサ・アクチエンゲゼルシャフト

4. 代理人

住所 〒100 東京都千代田区丸の内3丁目3番1号

新東京ビルディング553号 電話(216)5031~5番

氏名 (6181) 弁理士 矢野敏雄

5. 補正命令の日付

平成 2 年 7 月 31 日(発送日)

6. 補正の対象

図面

7. 補正の内容

別紙の通り

但し図面の浄書(内容に変更なし)

方式
審査



手続補正書(自発)

平成 2 年 8 月 17 日

特許庁長官 殿

1. 事件の表示

平成 2 年 特許願 第 101881 号

2. 発明の名称

α-酸化アルミニウム及びその製法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名称 デグツサ・アクチエンゲゼルシャフト

4. 代理人

住所 〒100 東京都千代田区丸の内3丁目3番1号

新東京ビルディング553号 電話(216)5031~5番

氏名 (6181) 弁理士 矢野敏雄

5. 補正により増加する請求項の数 0

6. 補正の対象

図面

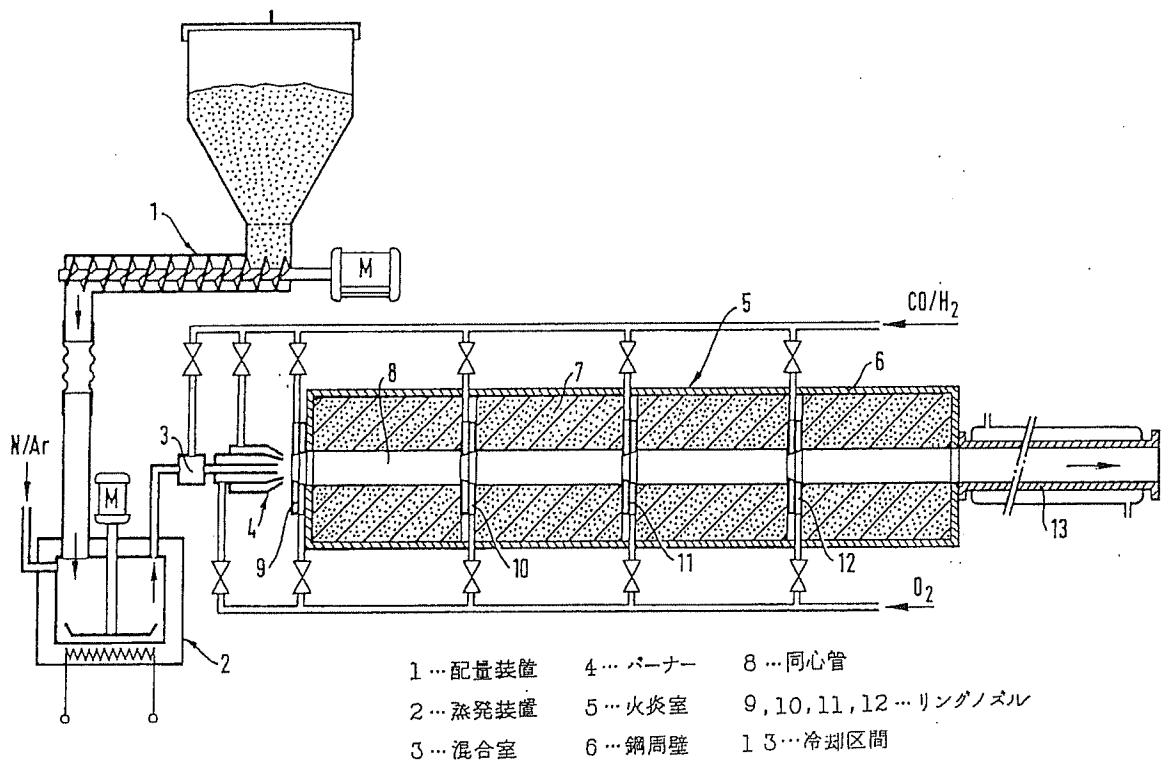
7. 補正の内容

(1) 第1図、第2図を別紙の通り補正する。

方式
審査



第 1 図



第 2 圖

